

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

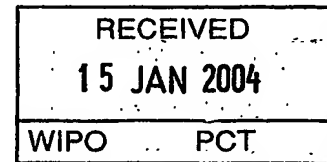
21.11.03

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application: 2002年12月 9日

出 願 番 号
Application Number: 特願2002-356234
[ST. 10/C]: [JP2002-356234]



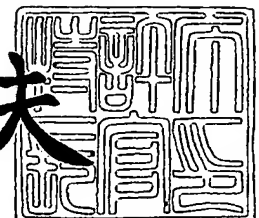
出 願 人
Applicant(s): テイカ株式会社

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

2003年12月26日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



BEST AVAILABLE COPY

出証番号 出証特2003-310766C

【書類名】 特許願

【整理番号】 DP-3321

【提出日】 平成14年12月 9日

【あて先】 特許庁長官殿

【発明者】

【住所又は居所】 大阪府大阪市大正区船町 1 丁目 3 番 4 7 号 テイカ株式会社
会社内

【氏名】 朝倉 貴志

【特許出願人】

【識別番号】 000215800

【氏名又は名称】 テイカ株式会社

【代理人】

【識別番号】 100060368

【弁理士】

【氏名又は名称】 赤岡 迪夫

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 066914

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 0114862

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 赤外線ブロッカーとして使用できる酸化チタンおよびその製造法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

0.8～1.5 μm の平均粒子径を有し、主として近赤外線に対して選択的に高い散乱能を有する酸化チタンよりなる赤外線ブロッカー。

【請求項 2】

主として 1.4 μm 以上 3 μm 以下の波長に対して選択的に高い散乱能を有する請求項 1 の赤外線ブロッカー。

【請求項 3】

請求項 1 の赤外線ブロッカーを、塗料のビヒクル樹脂固形分 100 重量あたり 50～500 重量部含んでいる塗料組成物。

【請求項 4】

請求項 1 の赤外線ブロッカーを、熱可視性樹脂 100 重量部あたり 1～25 重量部配合した成形用樹脂コンパウンド組成物。

【請求項 5】

組成物全体の 3～20 重量%の請求項 1 の赤外線ブロッカーを化粧料基剤へ添加してなる化粧料組成物。

【請求項 6】

含水酸化チタンに、その酸化チタン分に対し Al_2O_3 換算で 0.1～0.5 重量%のアルミニウム化合物と、 K_2CO_3 換算で 0.1～0.5 重量%のカリウム化合物と、 ZnO 換算で 0.2～1.0 重量%の亜鉛化合物を添加混合し、混合物を乾燥後焙焼することにより含水酸化チタンを酸化チタンに転化することを特徴とする 0.8～1.5 μm の平均粒子径を有する酸化チタンの製造法。

【請求項 7】

アルミニウム化合物が酸化物、含水酸化物、硫酸アルミニウムおよび塩化アルミニウムからなる群から選ばれる少なくとも 1 種の化合物であり、カリウム化合物が水酸化カリウムおよび塩化カリウムからなる群から選ばれる少なくとも 1 種

のカリウム化合物であり、亜鉛化合物が酸化亜鉛、硫酸亜鉛および塩化亜鉛からなる群から選ばれる少なくとも1種の亜鉛化合物である請求項6の酸化チタンの製造法。

【請求項8】

混合物の焙焼前の乾燥により、 TiO_2 換算チタン分を全重量の50～65%とする請求項6の酸化チタンの製造法。

【請求項9】

焙焼温度が930℃～1050℃である請求項6の酸化チタンの製造法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】

本発明は、主として近赤外線に対して特異的に高い散乱能を有する赤外線ブロッカーと、赤外線ブロッカーとして使用できる酸化チタンの製造法に関する。

【0002】

【本発明の背景と従来技術】

良く知られているように、赤外線は可視光線の長波長端の0.76～0.83 μm を下限とし、上限はmm領域までの波長範囲の電磁波である。熱作用を持つので熱線とも呼ばれる。赤外線は普通近赤外線、中赤外線および遠赤外線に区分されているが、これらの区分は厳密なものではなく、ここでは波長0.75～3 μm の領域を「近赤外線」と定義する。

【0003】

本発明は、一定の平均粒子径範囲を有する酸化チタンが近赤外線に対し、特に1.4～3 μm の波長領域の赤外線に対し選択的に高い散乱能を有し、赤外線ブロッカーとして有用であるとの新知見を基礎とする。

【0004】

光学素子として、粉末の回折散乱を用いる粉末フィルターが知られているが、酸化チタンを赤外線ブロッカーに用いることは出願人の知る限り知られていない。

【0005】

従来、酸化チタンは高い屈折率を有するため、白色顔料として塗料・インキ・プラスチックに配合されており、可視光線に対して優れた隠蔽性能を発揮している。また、粒子径を小粒子径側にコントロールすることにより、可視光は透過させ、紫外線を散乱させるように設計して、紫外線遮蔽剤として化粧品など種々の用途に利用されている。

【0006】

このように酸化チタンは高い屈折率を生かし、幅広い用途で使用されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】

しかし、顔料用酸化チタンは白色顔料として求められる隠蔽性等の性能をフルに発揮するため、可視光線（波長 $0.4 \sim 0.7 \mu\text{m}$ ）を効率よく散乱するように、平均粒子径を $0.2 \sim 0.4 \mu\text{m}$ にコントロールされているので、熱線を含む波長 $3 \mu\text{m}$ 以下特に $1.4 \mu\text{m}$ 以上の赤外線を効果的に遮蔽しない。

【0008】

熱線遮蔽能とは、物体表面で熱線を散乱させることにより、物体内部の温度上昇を防ぐ能力のことであり、たとえば塗料にこの機能を付加させると、建築物・船舶・自動車・家電製品・飲料缶等に対する塗装によって内部の温度上昇を防いだり、建築物等の内部の壁・床等に塗装すると部屋の温度拡散を防ぐことができる（たとえば特開平1-263163号など）。また、化粧品などに上記機能を有する粉体を配合すると、皮膚温度の上昇を抑える効果も期待される。

【0009】

波長 $3 \mu\text{m}$ 以下の赤外線を遮蔽するためには、例えば酸化チタンの場合、平均粒子径として $1.5 \mu\text{m}$ が必要と考えられている。しかし、波長 $3 \mu\text{m}$ 以下である赤外線領域は、 $0.75 \sim 3 \mu\text{m}$ と波長領域の幅が広いことから、粒子径として $1.5 \mu\text{m}$ 以下に幅広く分布を持つ必要がある。

【0010】

従来、一般的な硫酸法による顔料用酸化チタン（例えば、特公昭50-36440号など）の生産設備を用いて、その粒子径を大きくするためには、顔料用酸化チタンで行う場合よりも高温で含水酸化チタン（水和酸化チタン）を焙焼する

方法が考えられる。しかし、この方法では粒子同士の溶融が激しくなって、結果として得られる酸化チタン粉体は、媒体中で分散させにくくなる、という問題を有し、しかも、焙焼による短軸の粒子成長が不十分となり、結果として酸化チタン粒子の形状が棒状となるため、散乱効率が低下するという問題も生じる。

【0011】

【問題を解決するための手段】

本発明はこのような従来技術の問題点に鑑みなされたものであって、波長 $3\ \mu\text{m}$ 以下の赤外線領域に対する散乱能にすぐれた、赤外線遮蔽用途向け酸化チタンおよびその製造法の提供を目的としている。

【0012】

すなわち本発明は、従来の顔料用酸化チタンと変わらない温度で焙焼を行っても、粒子同士の溶融をできるだけ軽減し、かつ、短軸も十分に粒子成長させた、平均粒子径 $0.8 \sim 1.5\ \mu\text{m}$ である酸化チタン、およびその製造方法、ならびに該酸化チタンを配合した樹脂組成物や化粧料などの用途に関する。

【0013】

本発明の酸化チタンを例えば塗料樹脂に配合し、樹脂組成物として構成した場合、フィルム上に $3 \sim 5\ \mu\text{m}$ の膜厚に上記塗料を塗布し、その塗膜表面から直線距離で $15\ \text{cm}$ 直上から $125\ \text{W}$ の赤外線ランプを 20 分照射し、塗膜裏側から $10\ \text{cm}$ 直下の温度を測定した際、無塗装のフィルムに照射した場合と比べ、温度差を 25 度以上とすることができる。

【0014】

上記本発明の平均粒子径が $0.8 \sim 1.5\ \mu\text{m}$ である酸化チタンは、含水酸化チタンを原料とし、そこに酸化チタン分に対し酸化アルミニウム換算で $0.1 \sim 0.5$ 重量%のアルミニウム化合物と、炭酸カリウム換算で $0.1 \sim 0.5$ 重量%のカリウム化合物、および、酸化亜鉛換算で $0.2 \sim 1.0$ 重量%の亜鉛化合物を添加し、乾燥、焙焼することによって製造することができる。

【0015】

本発明において原料として使用される含水酸化チタンは、イルメナイトやルチル等のチタン含有鉱石を硫酸や塩素で処理して不純物を除去した後に、水を加え

たり酸化したりすることによって形成させることができる。また、チタンアルコキシドの加水分解によっても形成させることができる。本発明では、酸化チタンの工業的製法として知られている硫酸法において中間生成物として取り出されるメタチタン酸が好ましい。

【0016】

含水酸化チタンに添加するアルミニウム化合物の種類については、最終的に得られる酸化チタンに、本発明が目的としている特性に悪影響をもたらさない化合物であれば、何ら制約はないが、酸化物や含水酸化物以外では、水溶性の化合物であることが好ましい。具体的には、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウムなどが好ましい。

【0017】

アルミニウム化合物の添加量については酸化チタン分に対し酸化アルミニウム換算で0.1～0.5重量%が好ましい。0.1重量%を下回ると、塗料配合した場合、塗料としての基本性能である塗膜の耐候性が低下し、塗料組成物としては適さない。逆に0.5重量%を上回ると最適な粒子径でのルチル化率が低下するので、この場合にも塗料配合すると塗膜の耐候性が低下してしまう。

【0018】

含水酸化チタンに添加するカリウム化合物の種類についても、アルミニウム化合物の場合と同様何ら制約はないが、具体的には水酸化カリウム、塩化カリウムなどが好ましい。

【0019】

カリウム化合物の添加量については酸化チタン分に対し炭酸カリウム換算で0.2～0.5重量%が好ましい。0.2重量%を下回ると粒子同士の溶融が激しくなって、一次粒子径まで分散することが困難になるため、赤外線遮蔽性が低下する。逆に0.5重量%を上回ると、焙焼によって得られる酸化チタン粒子形状が棒状となってしまう、赤外線遮蔽性が低下する。また、最適な粒子径でのルチル化率が低下するので、塗料配合した場合、塗膜の耐候性が低下し、塗料組成物として適さない。

【0020】

含水酸化チタンに添加する亜鉛化合物の種類についても、上記他の添加金属成分と同様、何ら制約はないが、具体的には酸化亜鉛、硫酸亜鉛、塩化亜鉛などが好ましい。

【0021】

亜鉛化合物の添加量については、酸化チタン分に対し酸化亜鉛換算で0.2～1.0重量%が好ましい。0.2重量%を下回ると焙焼後の酸化チタン粒子形状が棒状となるため、赤外線遮蔽性が低下する。また粒子成長に高い焙焼温度が必要となり、結果として粒子同士の溶融が激しくなって、一次粒子径まで分散することが困難になるので、赤外線遮蔽性が低下する。なお、亜鉛化合物は容易に酸化チタンと反応しチタン酸亜鉛を生成する。チタン酸亜鉛は酸化チタンと比べ屈折率が低い。そのため、亜鉛量が増えていくと、赤外線遮蔽性は低下していくので、添加量が1.0重量%を超えるのは好ましくない。

【0022】

上記金属成分の含水酸化チタンへの添加方法としては、乾式による物理混合、スラリー中への湿式混合などがあるが、添加金属成分が酸化チタン粒子の各々に十分分散できるように、湿式混合を行った方が好ましい。特に工業的製造における中間生成物として得られる、不純物除去を行った後の含水酸化チタン含有スラリー、もしくはこれをろ過して得られる含水酸化チタンケーキを、水などの媒体中に分散し、そこへ上記添加成分を含有する化合物を加えて、十分に攪拌すればよい。

【0023】

上述した、アルミニウム、カリウム、亜鉛の金属成分を、含水酸化チタンに混合した後、乾燥機にて乾燥する。この際、乾燥方法に特に制約はないが、酸化チタン (TiO_2) 分が全重量の50～65%となるようにする。 TiO_2 分が50%を下回った場合、生産性が低下し好ましくない。また逆に TiO_2 分が65%を超えた場合、乾燥後の含水酸化チタンが強く凝集してしまい、次工程である焙焼過程において粒子同士の激しい溶融が起こりやすく、結果として粉碎性が悪くなる。粉碎性が悪いと、一次粒子径まで分散することが困難になるため、赤外線遮蔽性が低下する。

【0024】

上記含水酸化チタンの乾燥後、焙焼するにあたっては、顔料級の酸化チタンを通常に焙焼する程度の温度範囲である、930℃から1050℃の焙焼温度で処理を行う。

【0025】

この温度領域から逸脱すると、例えば低温側にシフトした時は一時粒子径が十分に成長せず、所望とする赤外線領域の遮蔽効果の低下を招くことになる。逆に高温側にシフトした場合は、粒子間同士の過剰な焼結が起こってしまい、粉碎性が低下して結果的に赤外線領域の遮蔽効果の低下を招くことになる。

【0026】

本発明の酸化チタンを塗料、プラスチック等の樹脂に配合する際、場合によっては分散安定性、電気的特性、耐候性等を付与させる必要が生じるが、そのような場合には、適量の無機物、有機物の表面被覆処理を行っても良い。

【0027】

上記表面処理に用いる無機物としては、アルミニウム、ケイ素、ジルコニウム、亜鉛、チタン、スズ、アンチモン、セリウムの酸化物あるいは含水酸化物などがあげられ、処理に使用する化合物としては、例えばアルミン酸ソーダ、硫酸アルミニウム、塩化アルミニウム、ケイ酸ソーダ、含水ケイ酸、硫酸ジルコニウム、塩化ジルコニウム、硫酸亜鉛、塩化亜鉛、硫酸チタニル、塩化チタン、硫酸錫、塩化錫、塩化アンチモン、塩化セリウム、硫酸セリウムなどがある。

【0028】

また、上記表面被覆処理に用いる有機物としては、例えばアミノシラン、アルキルシラン、ポリエーテルシリコーン、シリコーンオイルなどの有機ケイ素化合物や、例えばステアリン酸、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸ソーダ、ラウリン酸、アルギン酸、アルギン酸ソーダ、トリエタノールアミン、トリメチロールプロパンなどがあげられる。

【0029】

本発明では、これら表面処理において、処理する物質種の組み合わせや量についての制限はなく、使用する状況や必要となる特性に応じて、適宜適用すればよ

い。

【0030】

このように得られる本発明の酸化チタンは、樹脂100重量部あたり、50～500重量部の比率で配合することにより、樹脂組成物として塗料・インキ・プラスチックに、また化粧料組成物の一つとして化粧品などに使用することができる。酸化チタンの配合比率が50重量部を下回った場合、赤外線遮蔽能を有していても、配合比率の低下に伴い効果は小さくなる。500重量部を上回ると、赤外線遮蔽能を有していても、樹脂組成物としての特性を損なう。

【0031】

本発明の酸化チタンを塗料・インキの用途に用いる場合、酸化チタンとの配合に使用する樹脂は、アクリルメラミン、常乾アクリル、アクリルウレタン、ポリエステルメラミン、アルキドメラミン、ポリウレタン、ニトロセルロース、フッ素樹脂、塩化ビニル／酢酸ビニル共重合樹脂、などがあげられる。なお、必要に応じて、マイカ、セリサイト、タルクなどの偏平状顔料や炭酸カルシウム、硫酸バリウムなどの無機顔料も、赤外線遮蔽効果に影響を及ぼさない程度であれば併用して構わない。

【0032】

上記樹脂組成物に酸化チタンを配合する際には、まず有機溶剤または水に溶解混合し、分散と塗装に適した粘度に調整する。有機溶剤としては、炭化水素系、アルコール系、エーテルアルコール及びエーテル系、エステル及びエステルアルコール系、ケトン系の中から任意に分散性、塗装性に適したものをを用いればよい。そして、ペイントコンディショナー、ディスパー、サンドグラインドミルなど使用目的に応じて分散・攪拌に適した装置を用いて赤外線遮蔽用途向け酸化チタンを分散する。

【0033】

作製した塗料は金属またはプラスチック製の被塗物に、バーコーター、刷毛、エアスプレー、静電塗装などにより塗装することができる。膜厚は目的により適宜変えることができるが、3～45 μ mの範囲内が適している。なお、使用する樹脂によっては、110～180℃の温度で10～40分間程度乾燥する必要がある。

ある。

【0034】

本発明の酸化チタンをプラスチックの用途に用いる場合、酸化チタンとの配合に使用する樹脂は、ポリオレフィン、ポリスチレン、ポリエチレンテレフタレート、ポリ塩化ビニルなどの熱可塑性樹脂があげられる。赤外線遮蔽用途向け酸化チタンの配合比率は樹脂の使用目的などに応じて任意に変えることができるが、樹脂100重量部あたり、1～25重量部が望ましい。

【0035】

上記プラスチック組成物中には滑剤、酸化防止剤、熱安定剤として脂肪酸金属塩を含有させるのが好ましい。脂肪酸金属塩としては、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸カルシウム、ステアリン酸アルミニウム、ステアリン酸マグネシウム、ステアリン酸ジルコニウム、パルミチン酸ナトリウム、パルミチン酸カルシウム、ラウリン酸ナトリウムなどがあげられる。また、その含有量としては、プラスチック組成物に対し、0.01～5重量部が好ましい。

【0036】

また、必要に応じ、さらにマイカ、セリサイト、タルクなどの偏平状顔料や炭酸カルシウム、硫酸バリウムなどを、赤外線遮蔽効果に影響を及ぼさない程度に併用しても構わない。

【0037】

上記プラスチック組成物は必要に応じてタンブルミル、ヘンシェルミキサーなどを用いて予備混合し、バンバリーミキサー、混練ロール、エクストルuder、射出成型機などを用いて熔融混練する。

【0038】

本発明の酸化チタンを化粧料用途に用いる場合、化粧品に使用する成分としてはワセリン、ラノリン、セレシン、マイクロクリスタリンワックス、カルナバロウ、キャンデラロウ、高級脂肪酸、高級アルコール等の固形・半固形油脂、スクワラン、流動パラフィン、エステル油、ジグリセライド、トリグリセライド、シリコンオイル等の流動性油分や、水溶性及び油溶性ポリマー、界面活性剤、無機および有機顔料、有機染料等の色剤、色素、エタノール、防腐剤、酸化防止剤、

増粘剤、PH調節剤、香料、紫外線吸収剤、保湿剤、血行促進剤、冷感剤、制汗剤、殺菌剤、皮膚賦活剤などがあげられる。これらの成分は本発明の目的、効果を損なわない範囲で配合することができる。

【0039】

本発明の化粧料は通常公知の方法に従って製造することができる。そして、ファンデーション、アイシャドー、頬紅などのメイクアップ化粧料や乳液、クリーム等の基礎化粧品などに適用することができる。

【0040】

【実施例】

以下実施例及び比較例に基づいて本発明を説明するが、本発明は実施例のみに限定されるものではない。

【0041】

【実施例1】

平均粒子径 $1.0\mu\text{m}$ の赤外線遮蔽用途向け酸化チタンを以下に示す手順で製造した。

イルメナイト鉱石を熱濃硫酸で蒸解した後、不純物除去することによって得られた硫酸チタニル溶液を熱加水分解する。加水分解により得られる含水酸化チタンケーキ中の電解質成分を除去する目的で、十分に水洗操作を行う。上記操作により得られる含水酸化チタン中の TiO_2 分に対して Al_2O_3 換算で0.2重量%になるよう硫酸アルミニウム溶液を添加し、アジターにて15分間混合する。さらに K_2CO_3 換算で0.4重量%になるよう水酸化カリウム溶液を添加して15分間混合し、続いて ZnO 換算で0.4重量%になるよう亜鉛華を添加し、同じく15分間混合する。混合完了後、乾燥機にて 110°C で7時間乾燥の後、 950°C で2時間焙焼する。得られた焙焼物を、サンプルミルにて乾式粉碎し、その後、サンドグラインダーにて湿式粉碎し、分散スラリーを得る。この場合に得られる分散スラリーの TiO_2 分は全体量の約24～29%になる。この分散スラリー中の TiO_2 分に対し、 Al_2O_3 換算で2.0重量%になるようアルミン酸ソーダを添加し、硫酸にて中和処理を行い、ろ過、水洗後、乾燥機にて 110°C で12時間乾燥する。この乾燥物の TiO_2 分は、およそ60%とな

る。この乾燥物を流体エネルギーミルにて最終粉碎する。

得られた酸化チタンについて、透過型電子顕微鏡（日本電子社製 透過型電子顕微鏡 JEM-1230）を用いて写真に撮影し、自動画像処理解析装置（ニレコ社製 LUZEX AP）にて体積基準の水平方向等分径を測定したところ、その平均粒子径はおおよそ $1.0 \mu\text{m}$ であった。

塗料の作製：マヨネーズ瓶中にアクリル樹脂を固形分で 100 重量部、酸化チタンを 100 重量部計り取り密栓した後、ペイントコンディショナーにて 1 時間分散し塗料を得る。

塗膜の作製：上記塗料を PET フィルム上に自動バーコーターを用いて膜厚 $5 \mu\text{m}$ となるよう塗布し、10 分静置した後、乾燥機にて 140°C で 30 分焼付け塗膜を得る。

【0042】

【実施例 2】

焙焼温度を 980°C とする以外は実施例 1 と同様の手順にて酸化チタンを製造した。

得られた酸化チタンの平均粒子径を実施例 1 と同様の方法で測定したところ、 $1.2 \mu\text{m}$ であった。

実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

【0043】

【実施例 3】

焙焼温度を 1020°C とする以外は実施例 1 と同様の手順にて酸化チタンを製造した。

得られた酸化チタンの平均粒子径は $1.5 \mu\text{m}$ であった。

また、実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

【0044】

【実施例 4】

実施例 1 で得た酸化チタンについて、塗料作製時の酸化チタンを 50 重量部に変更し、他は実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

【0045】

【比較例 1】

顔料用酸化チタンとして、市販品である J R - 7 0 1 (テイカ社製) を用いて、実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

なお、上記酸化チタンの平均粒子径を、実施例 1 と同様の方法で測定したところ、 $0.27\mu\text{m}$ であった。

【0046】**【比較例 2】**

酸化チタンの代わりにチタン酸亜鉛を用いて、実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

チタン酸亜鉛は、以下の手順により製造した。

実施例 1 と同様の操作によって得られる含水酸化チタンに、含水酸化チタン中の TiO_2 分に対して ZnO 換算で 200 重量%となるように亜鉛華を添加し、アジターにて 15 分間混合する。混合完了後、乾燥機にて TiO_2 分が 50 ~ 65 % となるように乾燥した後、 1000°C で 2 時間焙焼する。

得られた焙焼物は、X 線回折装置 (Philips 社製 X' Pert Pro) を使用してその結晶構造からチタン酸亜鉛であることを確認した。

焙焼物を得てからの処理手順は、実施例 1 と同様である。

最終的に得られたチタン酸亜鉛の平均粒子径を、実施例 1 と同様の方法で測定したところ、 $1.0\mu\text{m}$ であった。

【0047】**【比較例 3】**

比較例 1 の酸化チタンについて、塗料作製時の酸化チタンを 50 重量部に変更し、他は実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

【0048】**【比較例 4】**

比較例 1 の酸化チタンについて、塗料作製時の酸化チタンを 40 重量部に変更し、他は実施例 1 と同様に塗料、塗膜を作製した。

【0049】

赤外線透過率測定：

顔料濃度 50% の塗膜、すなわち、実施例 1、実施例 2、比較例 1、比較例 2 で作成した試料に対して、フーリエ変換赤外分光装置（ニコレー社製 P R T E G E 60）を用いて $0.7\mu\text{m} \sim 3\mu\text{m}$ の透過率曲線を測定した。

得られた結果を図 1～図 4 に示す。

さらに上記各実施例、比較例において、波長 $1.4 \sim 3.0\mu\text{m}$ の波長範囲における透過率の積分値を求め、全光透過した場合の積分値との比率を赤外線透過率として、表 1 に示す。

数値の少ない方が赤外線透過率が低い、すなわち赤外線遮蔽能が優れている。

【0050】

赤外線透過率 = (サンプルの積分値 / ブランクの積分値) $\times 100$ (%)

【0051】

表 1

	赤外線透過率 (%)
実施例 1	5
実施例 2	3
比較例 1	36
比較例 2	27
PET フィルムのみ	95

【0052】

図 1～4 に示した透過率吸収曲線を示すグラフ、および上記表 1 から明らかなように、本発明の酸化チタンを用いた樹脂組成物は、 $3\mu\text{m}$ 以下、特に $1.4 \sim 3.0\mu\text{m}$ の波長範囲における透過率が、市販品の酸化チタンやチタン酸亜鉛を用いた場合と比較して顕著に低く、赤外線遮蔽能が優れている。

【0053】

熱線遮蔽能：

密封した発泡スチロール製の箱の上面に $40\text{mm} \times 50\text{mm}$ の小窓を設け、そこに実施例、比較例で作製した塗膜をそれぞれ設置する。室温及び発泡スチロー

ルの箱内部を23℃に調整しておき、この塗膜に赤外線ランプを15cm直上から20分間照射し、塗膜直下10cmの温度をそれぞれ測定した。

得られた結果を表2に示す。

なお、表中における「温度差」とは、無塗装フィルムの内部温度から各実施例、比較例の内部温度を差し引いた温度を示している。

【0054】

表2

	酸化チタン添加量	内部温度	温度差
実施例1	100重量部	44℃	30℃
実施例2	100重量部	42℃	32℃
実施例3	100重量部	43℃	31℃
比較例1	100重量部	51℃	23℃
比較例2	100重量部	51℃	23℃
実施例4	50重量部	48℃	26℃
比較例3	50重量部	56℃	18℃
比較例4	40重量部	58℃	16℃
無塗装フィルム (PET)		74℃	—

【0055】

表2から明らかなように、本発明の樹脂組成物は、赤外線による内部温度の上昇を大きく抑制している。すなわち、本発明の樹脂組成物は、大きな熱線遮蔽能を有する。

【0056】

化粧料として用いた場合の熱線遮蔽能：

上記と同様の測定を、化粧料組成物に配合した場合についても測定した。

【0057】

【実施例5】

実施例2と同様の手順で製造した酸化チタンについて、化粧料組成物を作製し

た。

酸化チタン 20 重量部、マイカ 36 重量部、セリサイト 10 重量部、タルク 10 重量部を混合し粉碎する。そして、流動パラフィン 17.5 重量部、パルミチン酸イソプロピル 5 重量部、親油性モノオレイン酸グリセリン 1.5 重量部と酸化防止剤、殺菌防腐剤、香料を適量加え均一に溶解する。これら全てをリボンミキサーに入れ、混合、粉碎、圧縮成型して、化粧料組成物とする。

なお、塗膜の作製については、化粧料として用いた状態に近づけるため、サージカルテープ (8×5 cm) に 2 mg/cm² となるよう、上記化粧料組成物を指で全面に均一に塗り広げて塗膜とした。

【0058】

【比較例 5】

比較例 1 で使用した市販品 (テイカ社製 J R-701) について、実施例 5 の場合と同様の手順で化粧組成物を作成し、塗膜を得た。

【0059】

上記実施例 5、比較例 5 について、上述した熱線遮蔽能の測定を行い、内部温度を測定し、温度差を求めた。結果を表 3 に示す。

表中における「温度差」は、サージカルテープを無塗装フィルムとした場合の内部温度から、実施例 5、比較例 5 の内部温度をそれぞれ差し引いた温度を示している。

【0060】

表 3

	酸化チタン添加量 (%)	内部温度	温度差
実施例 5	20	35℃	26℃
比較例 5	20	40℃	21℃
無塗装フィルム (サージカルテープ)		61℃	—

【0061】

表 3 から明らかなように、本発明の酸化チタンは、化粧品組成物とした場合にも、赤外線による内部温度の上昇を大きく抑制しており、大きな熱線遮蔽能を有している。

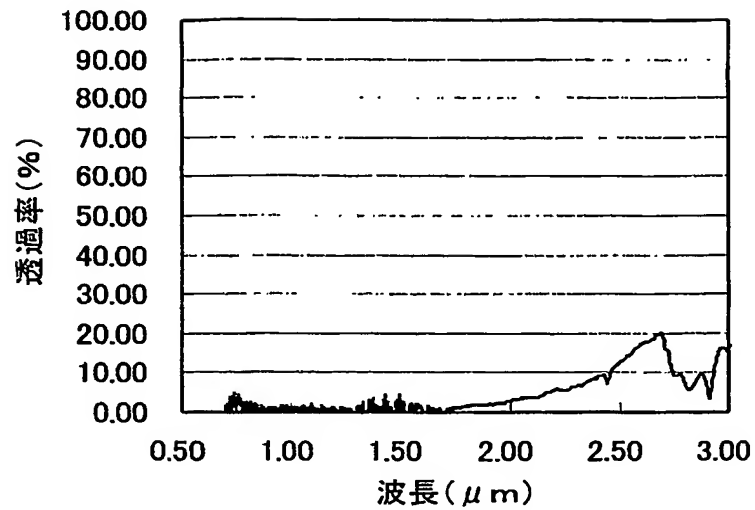
【図面の簡単な説明】

- 【図 1】 実施例 1 で作成した塗膜の赤外線透過率曲線を示すグラフ
- 【図 2】 実施例 2 で作成した塗膜の赤外線透過率曲線を示すグラフ
- 【図 3】 比較例 1 で作成した塗膜の赤外線透過率曲線を示すグラフ
- 【図 4】 比較例 2 で作成した塗膜の赤外線透過率曲線を示すグラフ

【書類名】 図面

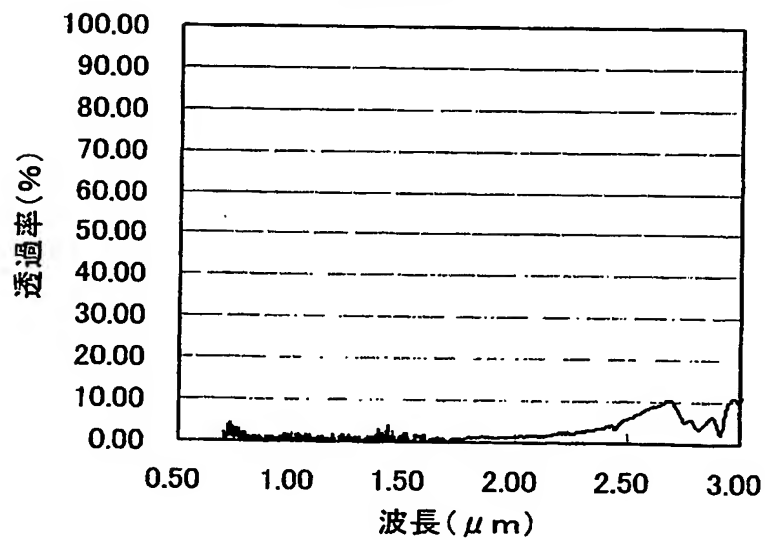
【図 1】

実施例 1

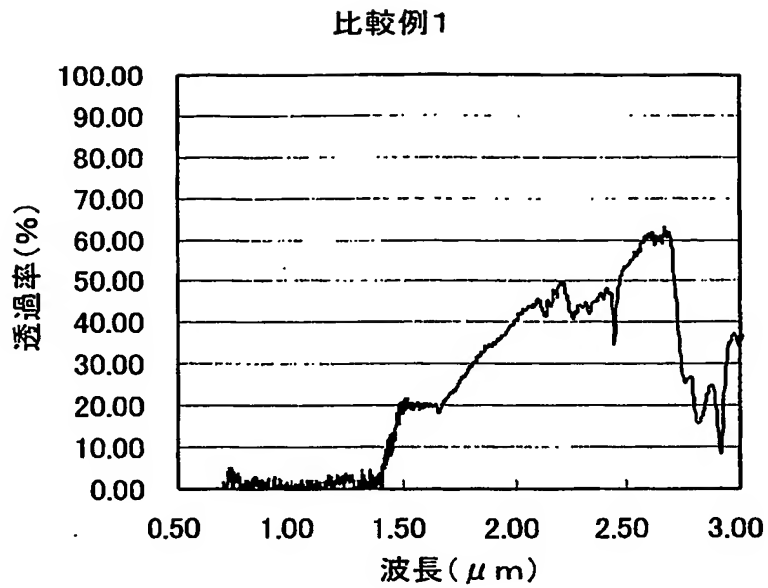


【図 2】

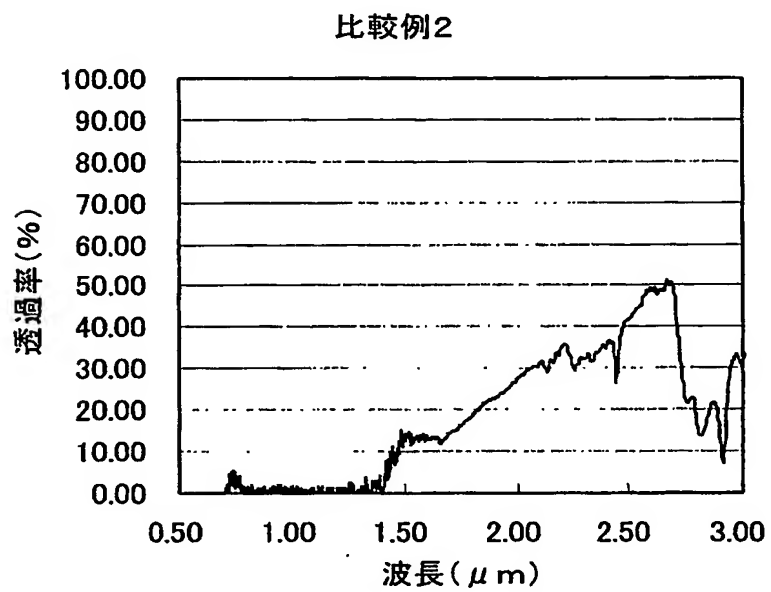
実施例 2



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 赤外線ブロッカーとして使用できる酸化チタンおよびその製造法を提供する。

【解決手段】 赤外線ブロッカーとして使用できる酸化チタンは、 $0.8 \sim 1.5 \mu\text{m}$ の平均粒子径を有し、主として近赤外線に対して選択的に高い散乱能を有する。そのような酸化チタンは、含水酸化チタンに一定量のアルミニウム化合物、カリウム化合物および亜鉛化合物をそれぞれ添加混合し、混合物を乾燥後、含水酸化チタンが酸化チタンに転化する温度で培焼することによって製造される。

【選択図】 なし

特願 2 0 0 2 - 3 5 6 2 3 4

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[0 0 0 2 1 5 8 0 0]

1. 変更年月日

1 9 9 0 年 8 月 1 4 日

[変更理由]

新規登録

住 所

大阪府大阪市大正区船町 1 丁目 3 番 4 7 号

氏 名

テイカ株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.